CONTENIDO

Pág.

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:
Nombre: Carlos Porras Porras Catalina Neira Cargo: Jefe Laboratorios de Metrología Responsable laboratorio Fecha: 2011-12-06	Nombre: Alejandro Giraldo López Cargo: Delegado para la Protección del Consumidor y Metrología Fecha: 2011-12-07 Firma: (Original firmado)	Nombre: Javier Ricardo Niño Vicentes Cargo: Representante de la Dirección para Calidad Fecha: 2011-12-09 Firma: (Original firmado)

1. OBJETIVO

Este procedimiento describe el método utilizado para la calibración de balanzas de presión.

2. ALCANCE

Este procedimiento aplica para la calibración de balanzas de presión relativa que utilizan un líquido o un gas como medio para transmitir la presión.

Este procedimiento aplica para las balanzas de presión en las que el elemento de flotación es un pistón o una esfera y que se encuentran dentro de los siguientes rangos de medición: (ver documento LM01-PR-M01 en la sección: Alcance de la acreditación)

- Balanzas de presión relativa de 1,5 kPa a 7 MPa, en las que se utiliza gas como medio para transmitir la presión.

- Balanzas de presión relativa de 0,14 MPa a 280 MPa, en las que se utiliza un líquido como medio para transmitir la presión.

NOTA: Balanzas de presión que midan en modo absoluto o que midan presión relativa negativa se calibran en modo relativo y se considera un incremento en la incertidumbre estimada de A_0!

3. TÉRMINOS, DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

ÁREA EFECTIVA: Es la cantidad por la cual la fuerza aplicada, a la unidad pistón – cilindro de una balanza de presión, es dividida para determinar el valor de la presión. El área efectiva se denota como $\boldsymbol{A_p}$ la cual es función del radio del cilindro, del radio del pistón y de la presión aplicada. $\boldsymbol{A_p}$, de manera aproximada, obedece a una relación lineal con la presión aplicada, es decir, cumple la relación:

$$A_p = A_0(1+\lambda.P)$$

Donde:

- *Ao* es el área efectiva del sistema pistón – cilindro a presión nula y temperatura de 20 °C (u otra temperatura de referencia)
- A_p es el área efectiva del sistema pistón – cilindro a la presión *p* y a la temperatura de referencia.
- λ es el coeficiente de deformación del sistema pistón – cilindro, debido a la presión aplicada *p*.

ACELERACIÓN DE LA GRAVITACIÓN ESTÁNDAR: Valor de 9,806 65 m/s^2, adoptado en la 3 éme Confénce Générale des Poids et Mesures in 1901. Representa el valor de la aceleración debida a la gravedad a 45º de latitud y medida a nivel del mar.

ACELERACIÓN DE LA GRAVITACIÓN LOCAL: Es la aceleración de la gravedad del sitio específico donde es utilizada la balanza de presión, ya que la aceleración de la gravedad depende de la posición geográfica.
CARGA: Son las masas que se colocan sobre el platillo soporta pesos en la balanza de presión.

FUERZA: Es una cantidad vectorial que está dada por la Segunda Ley de Newton y es el producto de la masa por la aceleración, su magnitud es $\vec{F} = m.\vec{a}$. En nuestro proceso es importante tener en cuenta que la aceleración que interviene es la aceleración de la gravedad. La fuerza se expresa en Newton (N), según el Sistema Internacional de Unidades SI.

MASA: Se puede definir como la cantidad de materia que posee un cuerpo. La unidad del Sistema Internacional de Unidades SI, el kilogramo (kg), es igual a la masa del prototipo internacional de 1 kilogramo. (1a Conferencia General de Pesas y Medidas).

PISTÓN: Dispositivo generalmente metálico, sobre el cual actúa la fuerza gravitacional generada por las masas del equipo, que presiona el fluido transmisor de presiones.

PLATILLO SOPORTA PESOS: Dispositivo metálico que se encuentra conectado con el pistón, sobre el cual se coloca la carga.

PRESIÓN: Se define físicamente como la fuerza perpendicular que actúa sobre un área unitaria. Según el Sistema Internacional de Unidades SI, la presión se expresa en Pascal (Pa).

$$Pa = 1 \; N/m^2$$

PRESIÓN ABSOLUTA: Presión completa de un medio de presión presurizado, P_{abs}.

PRESIÓN RELATIVA POSITIVA: Presión que excede a la presión atmosférica del lugar, en medios de presión hidráulicos o neumáticos, P.

PRESIÓN RELATIVA NEGATIVA: Presión en déficit a la presión atmosférica del lugar, en medios de presión neumáticos, P.

RECORRIDO DEL PISTÓN: Distancia máxima que puede recorrer el pistón, dentro del cilindro, entre los topes de máxima y mínima.

4. GENERALIDADES

4.1 Símbolos y abreviaturas

a	Semi-intervalo de la distribución rectangular.
A_o	Área efectiva del pistón-cilindro patrón, a presión nula y temperatura de referencia. Área de referencia.
A	Término independiente del modelo lineal $y = A + Bx$

$\overline{A}$ Valor promedio de los valores medidos del área $A_{pi}!$

$A_o!$ Área efectiva del pistón-cilindro a calibrar, a presión nula y temperatura de referencia.

A_p Área efectiva del pistón-cilindro patrón, a presión P y a la temperatura de referencia.

$A_p!$ Área efectiva del pistón-cilindro a calibrar, a presión P y a la temperatura de referencia.

$A_{pi}!$ Área efectiva del pistón-cilindro a calibrar, a presión P_i y a la temperatura de referencia, obtenida de forma experimental para un punto de calibración.

B Pendiente del modelo lineal $y = A + Bx$

C Longitud de la circunferencia del pistón-cilindro patrón.

$C!$ Longitud de la circunferencia del pistón-cilindro a calibrar.

c_j Coeficiente de sensibilidad de una magnitud de influencia.

CA Cambio del valor de la aceleración gravitacional debido al cambio de altitud Δh_L respecto a la altura de un punto gravimétrico de referencia.

d_i Diámetro del pistón.

d_1 Diámetro principal del pistón cuyo extremo con tope está sometido a fuerza hidráulica de columna y de empuje del fluido.

d_2 Diámetro intermedio del perfil del tope sometido a presión hidráulica de columna.

d_3 Diámetro mayor del tope sometido al empuje hidráulico.

$F!$ Fuerza aplicada sobre el sistema pistón-cilindro a calibrar.

g_l Valor de la aceleración de la gravedad local.

g_{ref} Valor de la aceleración de la gravedad en un punto de referencia gravimétrico.

H Altura sobre el nivel del mar, en m.

h_i Ancho del tope del pistón (Utilizada para determinar el empuje del fluido sobre el tope del pistón).

h_1 Ancho del tope del pistón sometido al empuje hidráulico.

h_2	Altura de la parte intermedia e interna del tope del pistón que origina una fuerza adicional por columna hidráulica en el tope.
h.r.	Humedad relativa.
k	Factor de cobertura (Denominado así en estadística).
M	Valor de la masa del pistón, pesas y demás elementos flotantes de la balanza de presión patrón.
$M!$	Valor de la masa del pistón, pesas y demás elementos flotantes de la balanza de presión a calibrar.
n	número de medidas.
P	Presión medida por la balanza de presión patrón.
P_i	Presión medida por la balanza patrón, correspondiente a un punto de calibración.
$P!$	Presión medida por la balanza de presión a calibrar.
$P_i!$	Presión medida por la balanza a calibrar, correspondiente a un punto de calibración.
$P_L!$	Valor de la presión generada por la balanza de presión ya calibrada en el lugar de uso del instrumento.
$P_{LO}!$	Valor nominal de la presión generada por la balanza de presión ya calibrada en el lugar de uso del instrumento.
P_n	Valor nominal de la presión medida (aproximadamente igual a P)
P_{abs}	Presión absoluta
P_{resid}	Presión residual
P_{atm}	Presión atmosférica del lugar de uso de la balanza de presión
P_{atmo}	Presión atmosférica de referencia
r	Coeficiente de correlación lineal de la regresión lineal de los datos experimentales.
s_{imax}	Desviación estándar experimental, obtenida para un punto de calibración.
S_A	Desviación estándar de los valores medidos del área A_{pi}

S_{AP} Desviación estándar de los valores del área estimada $A_p!$, respecto a la recta de regresión lineal (Contribución a la incertidumbre debida a la regresión lineal).

t Temperatura del sistema pistón-cilindro patrón.

$t!$ Temperatura del sistema pistón-cilindro a calibrar.

t_{amb} Temperatura del laboratorio donde se usa la balanza de presión

t_o Temperatura de referencia

t_s Factor derivado de la distribución t de Student

U Incertidumbre expandida.

$u(x_j)$ Incertidumbre estándar de la estimación de la magnitud de entrada X_j.

$u(y)$ Incertidumbre estándar combinada de la estimación de la magnitud de salida y.

$u_j(y)$ Contribución a la incertidumbre estándar combinada de una magnitud de influencia.

V Volumen del tope del pistón patrón sometido al empuje del fluido que transmite la presión, o *volumen de la columna de fluido cuando el pistón es hueco.*

$V!$ Volumen del tope del pistón a calibrar sometido al empuje del fluido que transmite la presión, *o volumen de la columna de fluido cuando el pistón es hueco*.

v_{eff} Grados de libertad efectivos – en estadística se calculan con la fórmula de Welch-Satterthwaite.

v_i Grados de libertad efectivos de cada magnitud de influencia.

X_j Magnitud de entrada.

x_j Estimación de la magnitud de entrada.

α Coeficiente de dilatación térmica del sistema pistón cilindro utilizado como patrón.

$\alpha!$ Coeficiente de dilatación térmica del sistema pistón cilindro a calibrar.

Δh Diferencia de alturas entre los niveles de referencia de los sistemas pistón-cilindro patrón y a calibrar.

Δh_L Diferencia de altura de un lugar respecto a la altura de un punto de referencia gravimétrico.

Δm Incremento de masa adicional en la balanza de presión patrón para obtener equilibrio de calibración de otra balanza de presión.

$\Delta m!$ Incremento de masa adicional en la balanza de presión de prueba para obtener equilibrio de calibración con la balanza de presión patrón.

δA_o Deriva del área efectiva a presión nula y temperatura de referencia del pistón-cilindro patrón.

δh Variación de altura (por el uso de una regla para medir la diferencia de alturas).

δM Deriva de la masa de las pesas colocadas sobre el pistón utilizado como patrón.

δ_{sen} Sensibilidad de la balanza a los cambios de presión.

δ_g Variación en el valor de la gravedad, debido a una variación en la altura.

Φ Latitud del lugar de utilización del equipo.

λ Coeficiente de deformación con la presión del sistema pistón- cilindro patrón.

$\lambda!$ Coeficiente de deformación con la presión del sistema pistón- cilindro a calibrar.

ρ_a Densidad del aire.

ρ_L Densidad del aire del lugar donde se usa la balanza de presión

ρ_o Densidad del aire seco a condiciones de referencia T_o y P_{atmo}

ρ_f Densidad del fluido utilizado para transmitir la presión.

ρ_M Densidad de cada una las pesas utilizadas con el pistón cilindro patrón.

$\rho_M!$ Densidad de las pesas utilizadas con el pistón cilindro a calibrar.

γ Coeficiente de Tensión superficial del fluido utilizado para transmitir la presión, si este es un líquido.

4.2 Método de Calibración

El método de calibración de balanzas de presión está basado en los lineamientos descritos en la guía ***EURAMET cg-3 v 1.0*** [3].

Básicamente una balanza de presión está conformada por un sistema pistón-cilindro que ha sido maquinado con tolerancias muy estrechas y un acabado muy fino, definiendo entre estos dos elementos una superficie denominada área efectiva.

La calibración de una balanza de presión consiste esencialmente en determinar el área efectiva de su sistema pistón - cilindro, usualmente por comparación directa con otra balanza de presión. La comparación se lleva a cabo utilizando el método de flotación cruzada.

En el método de flotación cruzada las dos balanzas de presión (patrón y a calibrar) se encuentran conectadas y por lo tanto todo el sistema tiene la misma presión. Se coloca en ambas balanzas el conjunto de pesas que corresponda a una presión determinada y luego se presuriza el sistema hasta que los dos pistones estén en flotación. Se adicionan pequeñas cargas de masa hasta que las dos balanzas se encuentren en equilibrio.

El método de calibración consiste en determinar:

- La masa de los pesos, del pistón y demás elementos flotantes de la balanza de presión a calibrar.
- El área efectiva del sistema pistón cilindro y su coeficiente de deformación mecánico debido a la presión.
- La incertidumbre asociada a cada una de estas magnitudes.

Una vez obtenidos los datos anteriores, se determina la presión generada por el pistón, las pesas y demás elementos flotantes de la balanza y se estima la incertidumbre asociada.

Para otros tipos de balanzas de presión diseñadas esencialmente para bajas presiones, por razones prácticas, el cilindro gira en vez del pistón pero el principio y los métodos de calibración son los mismos.
Cuando el elemento de medición no es un sistema pistón-cilindro, sino un sistema esfera-tobera**,** en este tipo de balanza la esfera recibe la carga y una base hemisférica soporta la esfera. Un regulador controla el flujo de gas a través de la holgura del sistema manteniendo la esfera en flotación. Este tipo de balanzas se utilizan solamente para presiones relativas en las que el fluido para transmitir la presión es un gas. En este caso también se usa el método de calibración por flotación cruzada.

Cuando las masas se someten al vacío, la balanza mide presión absoluta. Se debe medir la presión residual que rodea las masas dentro de la campana y sumarla a la presión medida por la balanza de presión (ecuación 4.4).

Cuando el conjunto de masas está sometido a la atmósfera, la balanza mide presión relativa. En algunos casos se coloca un adaptador que invierte el montaje del sistema pistón-cilindro y entonces la balanza mide una presión relativa negativa (menor que la presión atmosférica), ya que con la ayuda de una bomba de vacío, al evacuar el sistema, se genera una fuerza opuesta a la fuerza gravitacional debido a la carga de masas de la medición.

La presión generada por una balanza de presión se calcula a partir de la relación entre la fuerza causada por las pesas respecto al área sobre la cual se aplica esta fuerza, teniendo en cuenta las correcciones debido a los diferentes factores que influyen en la medición de la presión.

El valor de la presión medida en modo relativo por una balanza de presión, se determina a partir de la siguiente ecuación:

$$P = \frac{\sum M g_l \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_M}\right) + V g_l \left(\rho_f - \rho_a\right) + \gamma C}{A_p \left[1 + \alpha \left(t - t_o\right)\right]} \qquad (4.1)$$

NOTA: Al hacer la sumatoria de masas se debe tener en cuenta que ρM corresponde a los diferentes materiales de las pesas.

El área efectiva $\boldsymbol{A_p}$ del sistema pistón-cilindro a la temperatura de referencia $\boldsymbol{t_o}$ (usualmente 20 °C) y a la presión ***P***, es propia de cada unidad pistón – cilindro y puede o no cambiar con la presión y por lo tanto:

- Tener un valor constante $\boldsymbol{A_o}$ igual al promedio de todas las mediciones de presión.

- O cambiar de manera proporcional con la presión a partir de un determinado valor $\boldsymbol{A_o}$ (a presión nula), el cual se expresa matemáticamente de la siguiente manera:

$$A_p = A_o \left(1 + \lambda P\right) \qquad (4.2)$$

El nivel de referencia para las medidas de presión es, generalmente, en la parte inferior del pistón y cuando la presión a medir se encuentra a un nivel diferente del nivel de referencia, se hace una corrección a la presión por el efecto de la columna de fluido, por lo tanto la ecuación 4.1 queda:

$$P = \frac{\sum M g_l \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_M}\right) + V g_l \left(\rho_f - \rho_a\right) + \gamma C}{A_o \left[1 + \alpha \left(t - t_o\right)\right]\left(1 + \lambda P_n\right)} + \left(\rho_f - \rho_a\right) g_l \Delta h \qquad (4.3)$$

Cuando la balanza de presión mide presión absoluta y utiliza gas como medio para transmitir la presión, la ecuación queda como sigue:

$$P_{abs} = \frac{\sum M g_l + V g_l \rho_f}{A_o \left[1 + \alpha \left(t - t_o\right)\right]\left(1 + \lambda P_n\right)} + P_{resid} + \rho_f g_l \Delta h \qquad (4.4)$$

5. DESCRIPCIÓN

5.1 Equipos y materiales

5.1.1 Equipos Patrones

Como instrumento patrón se utiliza otra balanza de presión calibrada. La balanza de presión patrón debe tener una incertidumbre mejor que la incertidumbre que se espera tener para la balanza de presión a calibrar.

El rango máximo de la balanza de presión a calibrar debe ser cubierto por la balanza de presión patrón.

La calibración de una balanza que mide presión absoluta se lleva a cabo en el modo relativo. La calibración de una balanza que mide presión relativa negativa se lleva a cabo en el modo relativo positivo. Por lo tanto, para este tipo de calibraciones se utilizan como patrones las balanzas de presión que miden en modo relativo positivo.

La lista de balanzas de presión con que cuenta el laboratorio para realizar las calibraciones se encuentra en el archivo de hojas de vida de los equipos. Allí reposa toda la información referente a especificaciones técnicas, mantenimiento, calibraciones y otros aspectos particulares de cada equipo.

5.1.2 Instrumentos de medida auxiliares

El laboratorio cuenta con los siguientes instrumentos de medida, los cuales se calibran periódicamente y se utilizan durante la calibración de balanzas de presión:

- Balanzas analíticas
- Juegos de pesas
- Juego de pesos manométricos
- Barómetros digitales
- Higrómetro
- Termómetro digital
- Termómetros de vidrio para medir la temperatura ambiente
- Nivel de ojo de buey
- Reglas

5.1.3 Equipos Auxiliares

- Base triangular para el montaje de los sistemas pistón-cilindro a calibrar, que utilizan líquido como medio para transmitir la presión.
- Acoples, mangueras, tuberías y válvulas que se utilizan para la conexión de los instrumentos a calibrar, que sean compatibles con el tipo de fluido utilizado y que soporten las presiones del sistema.

- Sensores inductivos para conocer la posición de flotación de los pistones en comparación.
- Herramientas para realizar los montajes.
- Punzones y marcador eléctrico (Para marcar pesas y otros elementos)

5.1.4 Materiales

- Fluidos para transmitir la presión (Aceite mineral hidráulico y nitrógeno)
- Productos de limpieza, como disolventes y otros elementos compatibles con los equipos como thinner o varsol.
- Guantes

5.1.5 Equipos a calibrar

Los equipos a calibrar son balanzas de presión que utilizan un líquido o un gas como medio para transmitir la presión y sus rangos de medición son conforme a lo especificado en el numeral 2 de este procedimiento. Para el manejo y operación de estos instrumentos se siguen las recomendaciones del fabricante.

5.2 Operaciones Previas

5.2.1 Inspección Visual

Con base en el manual técnico del fabricante, revisar que los componentes de la balanza de presión estén completos y que se encuentren en buen estado. Estudiar el manual de operación de la balanza para conocer cada una de sus partes y familiarizarse con su manejo.

5.2.2 Descripción del Equipo

Se debe tener mucho cuidado para remover el sistema pistón cilindro y seguir las indicaciones consignadas en el manual técnico del fabricante.

- Realizar esquemas descriptivos del pistón o pistones con sus respectivas dimensiones, detallando la forma del tope del pistón, cuando se requiera.
- Anotar las observaciones iniciales respecto al estado en que se encuentran estos elementos.

Anotar la información referente a la identificación del equipo (marca, modelo, número de serie, número del pistón-cilindro) y los materiales de que están construidos el pistón-cilindro.

5.2.3 Marcado de Pesas y Otros Componentes del Equipo

Revisar que todos los componentes de la balanza de presión (pistón-cilindro, pesas y demás elementos flotantes) estén identificados con el número o código asignado por el fabricante.

Si estas partes no están identificadas se marcan con un código que asigna el laboratorio, el cual incluye la numeración de las pesas, de tal manera que se pueda establecer claramente que cada parte corresponde a la balanza de presión a calibrar. Para realizar esta marcación se solicita la autorización al cliente.

Los elementos de mayor tamaño se marcan con punzón. Las partes livianas y frágiles se marcan con el marcador eléctrico.

5.2.4 Limpieza de Pesas y Pistones

Tener en cuenta las recomendaciones del manual técnico del fabricante. Manejar con cuidado los pistones y cilindros. Manipular con guantes y no dejar golpear las superficies de contacto (pistón-cilindro) ni dejar impurezas que afecten su funcionamiento.

Inspeccionar el pistón y el cilindro para observar si presentan rayones o alguna muestra de corrosión.

Lavar el pistón-cilindro, las pesas y otros elementos con agua y jabón o con un disolvente suave cuando sea necesario. Secar con un paño limpio que no suelte motas. Secar luego con aire caliente y dejar climatizar posteriormente.

5.2.5 Condiciones Ambientales

La calibración se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones:

- Temperatura ambiente se mantiene entre 18 °C y 28 °C, estabilizada en ± 2 °C;. Durante la calibración se mide la temperatura de las unidades pistón cilindro patrón y de prueba.

- La humedad relativa se mantiene entre 40% y 65%

5.2.6 Montaje de equipos

Instalar la unidad pistón-cilindro de prueba sobre la base triangular y conectar la base con la balanza de presión patrón, tan cerca como sea posible.

Cuando el sistema pistón-cilindro no se pueda conectar a la base triangular por algún motivo, se conecta la balanza de presión a calibrar con la balanza de presión patrón, utilizando accesorios compatibles con el fluido utilizado y adecuados para soportar las presiones máximas que alcance el sistema.

Cuando el medio para transmitir la presión sea un líquido, purgar el sistema para extraer el aire. Cuando el medio para transmitir la presión sea nitrógeno, purgar el sistema para extraer el aire sucio y húmedo.

Asegurarse que las superficies donde se instalen los equipos sean suficientemente rígidas, de manera que soporten las pesas sin sufrir deflexiones.

Minimizar las diferencias de altura entre los niveles de referencia de las unidades pistón cilindro a comparar.

Comprobar la verticalidad de los pistones a comparar, colocando sobre la parte superior del pistón el nivel de ojo de buey. Ajustar por medio de las patas niveladoras cuando sea necesario. Chequear también esta nivelación a carga máxima, siempre que sea posible.

Instalar los sensores de posición lo más cerca posible de la primera pesa que se coloca sobre el respectivo pistón (separados de la pesa aproximadamente 2 mm).

Instalar las sondas de temperatura los más cerca posible de cada uno de los pistones.

Cargar las balanzas hasta alcanzar la presión máxima que se va a medir y comprobar que no haya fugas en el sistema. Dejar estabilizar el sistema a esta carga durante aproximadamente media hora, manteniendo el pistón en flotación y girando libremente.

Medir la caída de los pistones de las balanzas a comparar. El tiempo de caída debe ser suficiente para permitir la realización de la calibración por flotación. La medición de caída de los pistones se hace a la máxima presión que alcanza la balanza a calibrar. Se utiliza una válvula para independizar los equipos con el fin de tener la caída natural de cada pistón.

Medir el tiempo libre de rotación del pistón de la balanza de presión a calibrar, para aquellos pistones que no son arrastrados por un motor. Cargar el equipo con las pesas requeridas para alcanzar el 20% de la presión máxima a medir, poner a girar el pistón hasta que se detenga. El tiempo libre de rotación debe permitir la realización de la calibración por flotación.

La balanza de presión a calibrar debe estar en el laboratorio por lo menos 12 horas antes de iniciar la calibración, con el fin de que alcance el equilibrio térmico.

5.3 Proceso de Calibración

5.3.1 Mediciones previas

Antes de realizar la comparación de las balanzas de presión se han determinado la masa y la densidad del pistón, de las pesas y demás elementos flotantes de la balanza a calibrar.

5.3.1.1 Determinación de los Valores de Masa

El profesional del laboratorio encargado de la calibración de las balanzas de presión, debidamente entrenado, determina el valor de masa y la incertidumbre asociada, del pistón, pesas y demás elementos flotantes de la balanza de presión, mediante el método de sustitución empleado en el Laboratorio. Instructivo LM01-PR – I10.

Para mediciones de masa en las que se requiera alta exactitud (por ejemplo las pesas de los patrones de referencia del laboratorio de Presión) se solicita el servicio interno al Laboratorio de Masa de la DM-SIC o a un laboratorio acreditado

5.3.1.2 Determinación de la Densidad de los Elementos Flotantes

El valor de la densidad de las pesas, pistones y demás elementos flotantes de la balanza de presión y su incertidumbre asociada, se obtienen de las especificaciones del fabricante o de libros y publicaciones reconocidas como las de la OIML.

En caso de no tener esta información, el profesional del laboratorio encargado de la calibración de balanzas de presión, debidamente entrenado, realiza la medición de la densidad mediante el método gravimétrico, siguiendo el instructivo LM01- PR-I11.

Para mediciones de densidad en las que se requiera alta exactitud se solicita el servicio interno al Laboratorio de Densidad de la DM-SIC.

5.3.1.3 Procedimiento de Flotación Cruzada

El área efectiva del sistema pistón-cilindro a calibrar se determina a partir de los datos obtenidos de comparar las dos balanzas de presión (patrón y a calibrar), las cuales se han conectado directamente y logrado su equilibrio de presión. El método generalmente es el siguiente:

Se realizan al menos tres series de mediciones. Para cada serie se consideran 6 puntos diferentes de presión, así: en 1/10 o menos, 2/10, 3/10, 5/10, 7,5/10 y 10/10 del rango máximo de presión que alcanza la balanza de presión a calibrar. La calibración se inicia con la primera serie en descenso comenzando con el valor máximo de presión hasta el menor valor. Luego se repiten las mediciones en ascenso, como segunda serie y finalmente en descenso la tercera serie en los mismos puntos.

En cada punto de medición, el equilibrio de presiones de las dos balanzas se consigue de la siguiente manera:

- Se colocan inicialmente sobre cada uno de los pistones las pesas que permitan alcanzar la presión nominal del respectivo punto de medición y luego se presuriza el sistema hasta que los pistones se encuentren en flotación.

- Posteriormente se adicionan pequeñas cantidades de masa sobre uno de los pistones, usualmente el que sea más sensible al cambio de masa, hasta alcanzar la condición de equilibrio (Esto se hace con la ayuda de un juego de pesas auxiliar que va desde 1 mg hasta 100 g). Los dos pistones deben estar girando libremente durante el ajuste de las pequeñas cantidades de masa. Cuando los pistones funcionan sin motor las pesas se giran manualmente en sentido horario.

La medición se hace cuando el sistema está en equilibrio. El estado de equilibrio se alcanza cuando se tiene una de las siguientes condiciones:

- Los dos pistones caen con su respectiva caída natural.

- Cuando la caída natural no es muy grande y no difiere significativamente entre los dos ensambles pistón-cilindro, entonces un pistón cae lentamente y el otro sube lentamente, se adiciona una pequeña carga al pistón que sube y como resultado se cambia el sentido de la caída de los pistones. El equilibrio se alcanza con la carga más pequeña δ_{sen} que produce el resultado mencionado.

En los dos casos mencionados, la menor carga que tenga un efecto significativo en el estado de equilibrio alcanzado, determina la sensibilidad de la balanza a los cambios de presión.

5.3.1.4 Cálculo del Área Efectiva

Cuando las dos balanzas que se comparan están en estado de equilibrio, ellas miden la misma presión; esto se expresa matemáticamente así:

$$P = P! = \frac{F!}{A_p!} \qquad (5.1)$$

Entonces, para una situación en medio líquido,

$$P = \frac{\sum M!\, g_l \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{M!}}\right) + V!\, g_l \left(\rho_f - \rho_a\right) + \gamma C!}{A_o!\left[1 + \alpha!\left(t! - t_o\right)\right]\left(1 + \lambda!\, P_n\right)} \qquad (5.2)$$

A_o! y *λ!* son las variables a determinar y corresponden a las características propias del sistema pistón-cilindro a calibrar.

La presión *P,* que es la presión patrón, se calcula a partir de la ecuación (4.3).

Por lo tanto, para cada punto de calibración, el área efectiva $A_{pi}!$ a la presión P_i y a la temperatura de referencia t_o (usualmente 20 °C) de la balanza de presión a calibrar, se obtiene a partir de la siguiente ecuación:

$$A_{pi}! = A_o!\left(1+\lambda! P_n\right) = \frac{\sum M_i! g_l\left(1-\dfrac{\rho_a}{\rho_{M!}}\right) + V! g_l\left(\rho_f - \rho_a\right) + \gamma C!}{P_i\left[1+\alpha!\left(t!-t_o\right)\right]} \qquad (5.3)$$

Del proceso de calibración de una balanza de presión se obtienen los valores del área efectiva $A_{pi}!$ para las diferentes presiones P_i y del análisis de los resultados obtenidos para dichos valores, matemáticamente, se presentan los siguientes casos:

a. El conjunto de valores $A_{pi}!$ es independiente de la presión y solo se presenta alguna dispersión entre ellos. En este caso, el área efectiva $A_o!$, a presión nula y temperatura de referencia, es igual a la media de todos los valores obtenidos.

b. Si el conjunto de valores $A_{pi}!$ cambia de manera lineal aproximadamente con la presión P_i de trabajo, entonces:

$$A_{pi}! = A + BP_i \qquad (5.4)$$

El comportamiento lineal queda entonces bien definido cuando se determinan las constantes del modelo lineal A y B por medio de los datos experimentales $A_{pi}!$ y P_i y del método matemático de la regresión lineal. Entonces el valor de A, que es la ordenada en el origen y corresponde a $A_o!$, es: [11]

$$A = A_o! = \frac{\sum A_{pi}! \sum p_i^{\,2} - \sum p_i A_{pi}! \sum p_i}{n\sum p_i^{\,2} - \left(\sum p_i\right)^2} \qquad (5.5)$$

El valor de B, que es la pendiente de la recta, es: [11]

$$B = \frac{n\sum p_i A_{pi}! - \sum A_{pi}! \sum p_i}{n\sum p_i^{\,2} - \left(\sum p_i\right)^2} \qquad (5.6)$$

La ecuación de la recta también puede escribirse así:

$$A_p! = A_o!\left(1+\lambda! P_n\right) \qquad (5.7)$$

λ' Es el coeficiente de deformación debido a la presión y se determina como sigue:

$$\lambda' = \frac{B}{A_o'} \tag{5.8}$$

5.3.1.5 Toma y Tratamiento de Datos

Se registran los siguientes datos de la calibración:

En cada medición:

- Masa total colocada sobre el pistón patrón incluyendo el propio pistón y las pesas pequeñas que se colocaron para alcanzar el equilibrio.
- Temperatura del sistema pistón-cilindro patrón.
- Masa total colocada sobre el pistón a calibrar incluyendo el propio pistón y las pesas pequeñas que se colocaron para lograr el equilibrio.
- Temperatura del sistema pistón-cilindro a calibrar.
- La menor masa que al colocarla o retirarla de alguno de los pistones, sea capaz de romper el equilibrio (masa de sensibilidad).
- La hora en que se realiza la medición

Una vez durante la calibración:

- Temperatura ambiente
- Presión ambiente
- Humedad relativa
- Diferencia de altura entre los niveles de referencia.
- Tiempo libre de rotación del pistón a calibrar.
- Velocidad de caída de los pistones patrón y a calibrar
- El punto de operación de cada uno de los pistones (generalmente corresponde al 50% del recorrido del pistón).
- Dimensiones del pistón a calibrar, detallando la forma del tope o del hueco.

Adicionalmente se registran también los siguientes datos:

- La información referente a la identificación del instrumento a calibrar (marca, modelo, número de serie, identificación de los pistones, etc.).
- Coeficientes de dilatación térmica del pistón-cilindro a calibrar. Se registran los valores informados en el manual técnico del fabricante. En caso de no tener esta información, se registra el valor elegido de la lista de materiales (Tabla 1) con los que habitualmente se construyen los sistemas pistón-cilindro, o los valores encontrados en publicaciones reconocidas.
- Condiciones ambientales, altura sobre el nivel del mar y gravedad del lugar donde se usa el equipo a calibrar (estos datos los suministra el propietario del equipo y se confirman comparando con los datos publicados por el Instituto Geográfico Agustín Codazzi [10].

- Las observaciones que se presenten durante la calibración.

Finalmente, se calculan los siguientes parámetros de la unidad pistón-cilindro del instrumento a calibrar:

- Área efectiva del sistema pistón-cilindro
- Coeficiente de deformación debido a la presión
- Incertidumbre estándar, asociada a cada una de las variables anteriores, para un nivel de confianza del 95,45%.

Todos los datos de la calibración se registran en los respectivos formatos que para tal fin se tienen en el laboratorio.

Para el procesamiento de datos se utilizan hojas electrónicas en Excel.

Todos los registros de la calibración y memorias de cálculo se conservan en los archivos del laboratorio y archivo central de la Superintendencia, de conformidad con lo establecido en las tablas de retención documental.

TABLA 1. Coeficientes de dilatación térmica lineal usualmente utilizados en la construcción de sistemas pistón-cilindro.

Material	Coeficiente de dilatación térmica lineal
Tungsten carbide	$5,5 \times 10^{-6}$ /K
Hardened martensitic stainless steel	11×10^{-6} /K
Ceramic	10×10^{-6} /K
Stellite	10×10^{-6} /K
Hard chrome FACE stainless steel	16×10^{-6} /K

6. RESULTADOS

6.1 Presentación de Resultados

Para la elaboración del certificado de calibración se sigue lo establecido en el documento LM01-I07 (Instructivo para la elaboración de certificados e informes de calibración).

Los certificados de calibración de balanzas de presión incluyen la siguiente información:

Resultados de la calibración

- Área efectiva del sistema pistón-cilindro calibrado y su respectiva incertidumbre.
- Coeficiente de deformación debido a la presión e incertidumbre asociada
- El valor de masa del pistón, las pesas y demás elementos flotantes e incertidumbre respectiva.
- Rango de medición en que ha sido calibrado el pistón-cilindro.

- El valor de presión generada por el pistón, las pesas y demás elementos flotantes e incertidumbre respectiva.

Datos técnicos de la calibración:

- Tipo de fluido utilizado para transmitir la presión, especificando la densidad y la tensión superficial.
- Volumen del tope del pistón o del hueco.
- Ecuación utilizada para calcular la presión que se reporta en el certificado
- Coeficientes de dilatación térmica lineal del sistema pistón-cilindro calibrado.
- Posición del nivel de referencia con respecto al cual fue calculada la presión.

6.2 Interpretación de Resultados

El valor del área efectiva del sistema pistón-cilindro calibrado $A_o!$ es a presión nula y a la temperatura de referencia 20°C.

Los valores de presión que generan el pistón, las pesas y demás elementos flotantes, se presentan en una tabla que incluye la siguiente información:

- El número de identificación de la pesa, pistón u otro elemento.
- El valor de la presión manométrica generada por la respectiva pesa, calculada a condiciones de referencia local y Ao! (Los datos locales han sido informados por el propietario del equipo y son presentados también en el certificado de calibración).

También se informa, en el certificado de calibración, la incertidumbre expandida (a un nivel de confianza del 95,45%) de la presión generada por las pesas del instrumento calibrado, para las condiciones del lugar en que se utiliza el equipo, las cuales han sido informadas por el cliente y evaluadas por el laboratorio.

6.3 Criterios de Aceptación y Rechazo

El laboratorio considera como incertidumbre máxima permitida la exactitud especificada en el manual técnico del fabricante. Una vez evaluada la incertidumbre expandida en la presión generada por la balanza de presión calibrada, si no cumple con la especificación del fabricante, se deja constancia en el certificado de calibración.

7. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

La estimación de la incertidumbre en la determinación del área efectiva y del coeficiente de deformación debido a la presión del sistema pistón-cilindro de la balanza de presión calibrada, se realiza siguiendo los lineamientos establecidos en la Guía para la expresión de la incertidumbre – GUM [5]. Los coeficientes de sensibilidad fueron calculados realizando las aproximaciones que usualmente se utilizan para aplicaciones prácticas.

7.1 Ecuación de relación para la determinación del área efectiva Ap!

Para determinar el área efectiva A_p*!* del sistema pistón-cilindro de la balanza de presión a calibrar, se utiliza la siguiente ecuación:

$$A_p! = A_o!\left(1+\lambda! P_n\right) = \frac{\sum M! g_l\left(1-\frac{\rho_a}{\rho_{M!}}\right) + V! g_l\left(\rho_f-\rho_a\right) + \gamma C!}{P\left[1+\alpha!\left(t!-t_o\right)\right]} \qquad (7.1)$$

La incertidumbre estándar combinada, asociada a la determinación del área efectiva del sistema pistón-cilindro de la balanza de presión a calibrar, se obtiene por la combinación de la contribución de las diferentes magnitudes de influencia, de la manera que se describe a continuación:

7.2 Incertidumbre en la medición de la presión patrón *P*

La presión *P* medida por la balanza de presión patrón, a nivel de referencia de la balanza de presión a calibrar, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$P = \frac{\sum M g_l\left(1-\frac{\rho_a}{\rho_M}\right) + V g_l\left(\rho_f-\rho_a\right) + \gamma C}{A_o\left[1+\alpha\left(t-t_o\right)\right]\left(1+\lambda P_n\right)} + \left(\rho_f-\rho_a\right) g_l \Delta h \qquad (7.2)$$

Aplicando la ley de propagación de incertidumbres a la ecuación (7.2) y asumiendo que las magnitudes de entrada no están correlacionadas, se obtiene la incertidumbre estándar correspondiente a la presión *P* medida por la balanza de presión patrón, al nivel de referencia de la balanza de presión a calibrar. En la tabla 2 se presentan las contribuciones correspondientes a la incertidumbre en la presión *P*.

Tabla 2. *Contribuciones a la incertidumbre de la presión P medida por la balanza de presión patrón.*

Magnitud de entrada X_j	**Estimación** x_j	**Incertidumbre estándar** $u(x_j)$	**Distribución de probabilidad**	**Coeficiente de sensibilidad** $c_j = \frac{\partial y}{\partial x_j}$	**Contribución a la incertidumbre** $u_j(y) = c_j u(x_j)$
Masa patrón	M	$u(M)$	Normal	$c_1 \approx \frac{P}{M}$	$c_1 u(M)$
Deriva de la masa	δ_M	$u(\delta M)$	Rectangular	$c_2 \approx \frac{P}{M}$	$c_2 u(\delta M)$

Magnitud de entrada X_j	Estimación x_j	Incertidumbre estándar $u(x_j)$	Distribución de probabilidad	Coeficiente de sensibilidad $c_j = \frac{\partial y}{\partial x_j}$	Contribución a la incertidumbre $u_j(y) = c_j u(x_j)$
Masa de sensibilidad	δsen	$u(\delta sen)$	Rectangular	$c_3 \approx \frac{P}{M}$	$c_3 u(\delta sen)$
Gravedad local	g_l	$u(g_l)$	Rectangular	$c_4 \approx \frac{P}{g_l}$	$c_4 u(g_l)$
Área efectiva del P-C	A_o	$u(A_o)$	Normal	$c_5 \approx -\frac{P}{A_o}$	$c_5 u(A_o)$
Deriva del área efectiva	δA_o	$u(\delta A_o)$	Rectangular	$c_6 \approx -\frac{P}{A_o}$	$c_6 u(\delta A_o)$
Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	Rectangular	$c_7 \approx -\frac{P}{(\rho_M - \rho_a)}$	$c_7 u(\rho_a)$
Densidad de la masa	ρ_M	$u(\rho_M)$	Rectangular	$c_8 \approx \frac{\rho_a P}{(\rho_M - \rho_a)^2}$	$c_8 u(\rho_M)$
Coeficiente de dilatación lineal P-C	α	$u(\alpha)$	Rectangular	$c_9 \approx -P(t-20)$	$c_9 u(\alpha)$
Temperatura	t	$u(t)$	Rectangular	$c_{10} \approx -P\alpha$	$c_{10} u(t)$
Coeficiente de deformación con la presión	λ	$u(\lambda)$	Rectangular	$c_{11} \approx -P^2$	$c_{11} u(\lambda)$
Volumen del P-C patrón sometido a empuje	V	$u(V)$	Rectangular	$c_{12} \approx \frac{g(\rho_f - \rho_a)}{A_o}$	$c_{12} u(V)$
Densidad del fluido	ρ_f	$u(\rho_f)$	Rectangular	$c_{13} \approx \frac{g(\Delta h A_o - V)}{A_o}$	$c_{13} u(\rho_f)$
Tensión superficial del fluido	γ	$u(\gamma)$	Rectangular	$c_{14} \approx \frac{C}{A_o}$	$c_{14} u(\gamma)$
Longitud de la circunferencia del pistón	C	$u(C)$	Rectangular	$c_{15} \approx \frac{\gamma}{A_o}$	$c_{15} u(C)$
Diferencia de alturas	Δh	$u(\Delta h)$	Rectangular	$c_{16} \approx g(\rho_f - \rho_a)$	$c_{16} u(\Delta h)$
Repetibilidad en P_i	P_i	$u(repP_i)$	Normal	1	$u(repP_i)$

Magnitud de entrada X_j	Estimación x_j	Incertidumbre estándar $u(x_j)$	Distribución de probabilidad	Coeficiente de sensibilidad $c_j = \frac{\partial y}{\partial x_j}$	Contribución a la incertidumbre $u_j(y) = c_j u(x_j)$
Incertidumbre estándar combinada de la presión medida por la balanza de presión patrón *u(P)*					$u(P) = \sqrt{\sum u_j^{2}(y)}$

7.3 Incertidumbre del área efectiva u(Ap!)

Aplicando la ley de propagación de incertidumbres a la ecuación (7.1) y asumiendo que las magnitudes de entrada no están correlacionadas, se obtiene la incertidumbre estándar correspondiente al área efectiva *u(A*$_p$*!)* del sistema pistón cilindro de la balanza de presión a calibrar. En la tabla 3 se presentan las contribuciones correspondientes a la incertidumbre en el área efectiva.

Tabla 3. *Contribuciones a la incertidumbre del área efectiva u(A*$_p$*!) del sistema pistón cilindro de la balanza de presión a calibrar.*

Magnitud de entrada X_j	Estimación x_j	Incertidumbre estándar $u(x_j)$	Distribución de probabilidad	Coeficiente de sensibilidad $c_j = \frac{\partial y}{\partial x_j}$	Contribución a la incertidumbre $u_j(y) = c_j u(x_j)$
Masa sobre el p-c	$M!$	$u(M!)$	Normal	$c_1 \approx \frac{A_p!}{M!}$	$c_1 u(M!)$
Gravedad local	g_l	$u(g_l)$	Rectangular	$c_2 \approx \frac{A_p!}{g_l}$	$c_2 u(g_l)$
Presión patrón	P	$u(P)$	Normal	$c_3 \approx -\frac{A_p!}{P}$	$c_3 u(P)$
Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	Rectangular	$c_4 \approx -\frac{A_p!}{\rho_{M!} - \rho_a}$	$c_4 u(\rho_a)$
Densidad de la masa	$\rho_{M!}$	$u(\rho_{M!})$	Rectangular	$c_5 \approx \frac{A_p!\rho_a}{\rho_{M!}^{2}}$	$c_5 u(\rho_{M!})$
Coeficiente de dilatación lineal P-C	$\alpha!$	$u(\alpha!)$	Rectangular	$c_6 \approx -A_p!(t!-20)$	$c_6 u(\alpha!)$
Temperatura	$t!$	$u(t!)$	Rectangular	$c_7 \approx -A_p!\alpha!$	$c_7 u(t!)$
Volumen del P-C sometido a empuje	$V!$	$u(V!)$	Rectangular	$c_8 \approx \frac{g(\rho_f - \rho_a)}{P}$	$c_8 u(V!)$

Magnitud de entrada X_j	Estimación x_j	Incertidumbre estándar $u(x_j)$	Distribución de probabilidad	Coeficiente de sensibilidad $c_j = \frac{\partial y}{\partial x_j}$	Contribución a la incertidumbre $u_j(y) = c_j u(x_j)$
Densidad del fluido	ρ_f	$u(\rho_f)$	Rectangular	$c_9 \approx \frac{-V!g}{P}$	$c_9 u(\rho_f)$
Tensión superficial del fluido	γ	$u(\gamma)$	Rectangular	$c_{10} \approx \frac{C!}{P}$	$c_{10} u(\gamma)$
Longitud de la circunferencia del pistón	$C!$	$u(C!)$	Rectangular	$c_{11} \approx \frac{\gamma}{P}$	$c_{11} u(C!)$
Repetibilidad en $A_{pi}!$	$Api!$	$u(repA_{pi}!)$	Normal	1	$u(repA_{pi}!)$
Incertidumbre estándar combinada del área efectiva $u(A_p!)$ del sistema pistón cilindro de la balanza de presión a calibrar.					$u(A_p!) = \sqrt{\sum u_j^2(y)}$

7.4 Determinación del valor de las magnitudes de entrada y su incertidumbre asociada.

Los valores especificados a continuación se determinan de igual manera tanto para la balanza de presión patrón como para la balanza de presión a calibrar. Cuando se considera necesario hacer aclaraciones, se especifica a cual balanza de presión corresponde la información.

<u>Masa</u>

El valor de masa y la incertidumbre asociada de cada una de las pesas se obtiene a partir de los resultados de la determinación de masa que hace este laboratorio o de un certificado de calibración de las pesas. El valor total de la masa aplicada sobre el sistema pistón-cilindro en cada medición, se calcula por la suma de los valores individuales de cada una de las pesas, incluyendo la masa del propio pistón y de los demás elementos flotantes.

La incertidumbre asociada al valor de masa corresponde a la suma directa de la incertidumbre de cada una de las pesas utilizadas en la medición, según indicaciones de la GUM para cantidades altamente correlacionadas [5] Usualmente este valor se expresa con un factor de cobertura k=2, por lo tanto,

$$u(M) = \frac{U(M)}{2} \qquad (7.3)$$

La incertidumbre en la presión debido a la masa incluye dos contribuciones más: la deriva de la masa, que corresponde a la variación del valor de masa entre calibraciones consecutivas y la masa de sensibilidad que se utiliza cada vez que se alcanza el equilibrio en el respectivo punto de medición. La contribución correspondiente a la incertidumbre se describe a continuación.

Deriva de la masa y sensibilidad de la flotación

La deriva de la masa δ_M se obtiene de la diferencia entre los valores de masa de una misma pesa correspondientes a dos calibraciones consecutivas. La deriva se incluye como una contribución a la incertidumbre y su valor es:

$$u(\delta_M) = \frac{\delta_M}{2\sqrt{3}} \tag{7.4}$$

La sensibilidad de la flotación δ_{sen} corresponde a la masa más pequeña que produce un desequilibrio en el estado de balance alcanzado por las dos balanzas que se comparan. El valor de la masa de sensibilidad se incluye como una contribución a la incertidumbre. La incertidumbre estándar debido a esta masa es:

$$u(\delta_{sen}) = \frac{\delta_{sen}}{\sqrt{3}} \tag{7.5}$$

Gravedad Local

En el Laboratorio de Presión de la DM-SIC, la gravedad corresponde al valor certificado por el Instituto Geográfico Agustín Codazzi, corregido con respecto a la altura en que se encuentra el laboratorio; los registros de cálculo respectivos se encuentran en el AZ de validaciones [14]. Para cualquier otro lugar donde se utilice la balanza de presión, el valor de gravedad se obtiene a partir de las mediciones hechas por la misma institución en las diferentes estaciones del Sistema Gravimétrico Nacional. Ver referencia [10].

La incertidumbre asociada ha sido estimada con un factor de cobertura k = 2

$$u(g) = \frac{U(g)}{2} \tag{7.6}$$

Área efectiva del sistema pistón-cilindro patrón

El valor del área efectiva a presión nula y temperatura de referencia y su incertidumbre asociada se obtienen del certificado de calibración de la balanza de presión patrón. Este resultado generalmente está expresado para un factor de cobertura k, pero es frecuente encontrar el valor de k=2, entonces,

$$u(A_o!) = \frac{U}{k}\ ; \quad u(A_o!) = \frac{U(A_o!)}{2} \tag{7.7}$$

Deriva del área efectiva del sistema pistón – cilindro patrón

La deriva del área efectiva del sistema pistón – cilindro δ_{Ao} se obtiene de la diferencia entre los valores de área efectiva a presión nula y temperatura de referencia, correspondientes a dos calibraciones consecutivas.

El valor de la deriva se incluye como una contribución a la incertidumbre. La incertidumbre estándar debido a la deriva es:

$$u(\delta_{Ao}) = \frac{\delta_{Ao}}{2\sqrt{3}} \qquad (7.8)$$

Densidad del aire

El valor de la densidad del aire en el Laboratorio de Presión de la DM-SIC ha sido determinado considerando un valor promedio de la temperatura del aire, de la presión atmosférica y de la humedad relativa. Ver Referencia [14].

La incertidumbre asociada se obtiene a partir del mayor intervalo de variación que se pueda estimar en el valor de la densidad del aire $2\delta\rho_a$. Entonces,

$$u(\rho_a) = \frac{\delta(\rho_a)}{\sqrt{3}} \qquad (7.9)$$

Densidad de las pesas

El valor de la densidad de las pesas y su incertidumbre asociada se obtienen de las especificaciones técnicas del fabricante, de publicaciones reconocidas, o de los valores obtenidos como resultado de la medición de densidad que hace este laboratorio. La incertidumbre estándar debido a la densidad de las pesas es:

$$u(\rho_M) = \frac{U(\rho_M)}{2} \qquad (7.10)$$

En el caso de la densidad de las pesas de la balanza de presión patrón, su valor y su incertidumbre se toman del certificado de calibración de la balanza.

Coeficiente de deformación térmico lineal

El valor del coeficiente de deformación térmico lineal se obtiene de las especificaciones del fabricante, o, según el tipo de material de que está construido el sistema pistón-cilindro, se toma de publicaciones reconocidas. Para la incertidumbre, se estima que la variación del valor del coeficiente es $\Delta\alpha$ = 10%. La incertidumbre estándar para este valor es igual a:

$$u(\alpha) = \frac{\Delta\alpha}{\sqrt{3}} \qquad (7.11)$$

Temperatura del sistema pistón-cilindro

La temperatura de cada sistema pistón-cilindro se mide por medio de una sonda de temperatura. Para la incertidumbre, se estima que su valor presenta una variación máxima de $2\delta_t$ = 1°C. Entonces la incertidumbre estándar es:

$$u(t) = \frac{\delta_t}{\sqrt{3}} \qquad (7.12)$$

<u>Coeficiente de deformación mecánico de la unidad pistón-cilindro patrón</u>

Se toma del certificado de calibración para el área del patrón. Usualmente este valor ha sido estimado con un factor de cobertura k = 2, pero en general con un valor k. Por lo tanto, la incertidumbre estándar es:

$$u(\lambda) = \frac{U(\lambda)}{k} \quad ; \quad u(\lambda) = \frac{U(\lambda)}{2} \qquad (7.13)$$

<u>Densidad del fluido</u>

El valor de la densidad de los líquidos utilizados en el laboratorio de presión y su incertidumbre asociada se obtienen del respectivo certificado de calibración. Para la densidad del nitrógeno se tiene en cuenta los cambios de la temperatura y de la presión. La incertidumbre estándar se determina:

$$u(\rho_f) = \frac{U(\rho_f)}{2} \qquad (7.14)$$

<u>Tensión superficial del fluido</u>

El valor de la tensión superficial de los líquidos utilizados en el laboratorio de presión y su incertidumbre asociada se obtienen del respectivo certificado de calibración, este valor usualmente se expresa con k = 2. La incertidumbre estándar se determina:

$$u(\gamma_f) = \frac{U(\gamma_f)}{2} \qquad (7.15)$$

<u>Longitud de la circunferencia del pistón</u>

La longitud de la circunferencia del pistón se obtiene a partir de la medición de su diámetro. Esta medición se realiza con un pie de rey. La incertidumbre expandida se obtiene a partir del certificado de calibración del pie de rey y del método de medición del diámetro del pistón.

$$C = 2\pi r \qquad (7.16)$$

$$u(C) = \frac{U(C)}{2}$$

Diferencia de alturas

La diferencia de alturas entre los niveles de referencia de las balanzas de presión en comparación se mide con una regla. Para la incertidumbre, se estima que su valor presenta una variación máxima de o intervalo de $2\delta_h$ Entonces la incertidumbre estándar es:

$$u(\Delta h) = \frac{\delta h}{\sqrt{3}} \qquad (7.17)$$

Volumen del pistón sometido al empuje del fluido

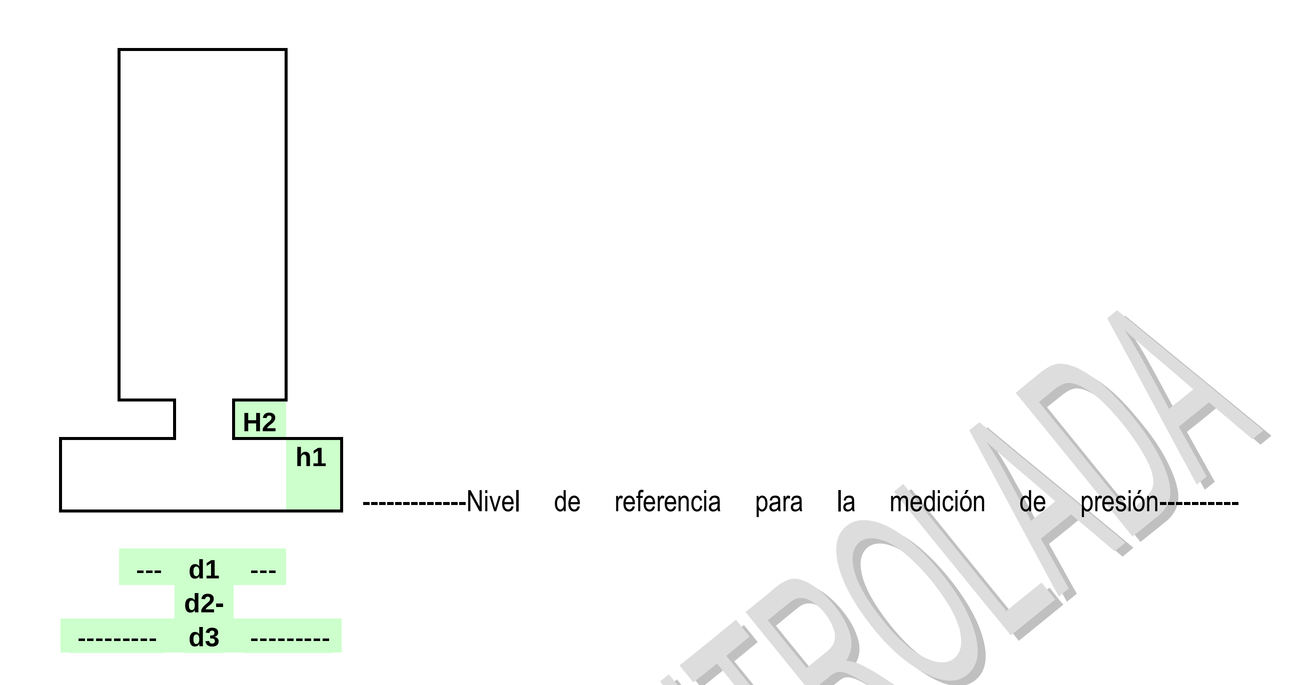
El volumen del pistón sometido al empuje del fluido y su incertidumbre estándar se obtienen a partir de las especificaciones técnicas del fabricante o a partir de las mediciones que se realizan con un calibrador dimensional calibrado. Cuando las mediciones se hacen con el pie de rey, la incertidumbre expandida se obtiene del certificado de calibración del pie de rey y del método de medición dimensional.

El volumen a considerar para hacer los correctivos por los efectos hidráulicos sobre el tope del pistón cuando se tiene como referencia el borde inferior del pistón, y su incertidumbre asociada, es: (Ver figura 1)

$$V = \frac{\pi}{4}\left(d_3^{\,2} h_1 - d_1^{\,2}(h_1 + h_2) + d_2^{\,2} h_2\right) \qquad (7.18)$$

$$u(V) = \sqrt{\left[\frac{\pi}{2} d_3 h_1 u(d_3)\right]^2 + \left[\frac{\pi}{4}\left(d_3^2 - d_1^2\right) u(h_1)\right]^2 + \left[\frac{\pi}{2} d_1 \left(h_1 + h_2\right) u(d_1)\right]^2 + \left[\frac{\pi}{4}\left(d_2^2 - d_1^2\right) u(h_2)\right]^2 + \left[\frac{\pi}{2} d_2 h_2 u(d_2)\right]^2} \qquad (7.19)$$

***FIGURA 1**. Ilustración de las dimensiones requeridas para determinar el volumen del pistón sometido al empuje del fluido.*



<u>Incertidumbre por repetibilidad de la presión patrón</u>

La calibración se hizo para varios puntos a diferentes presiones, cada punto se midió 3 veces y se calculó el valor promedio de la presión patrón; por lo tanto, la repetibilidad se estima a partir de la desviación estándar experimental calculada para cada punto de presión medido. Para determinar la incertidumbre debido a la repetibilidad se toma la máxima desviación s_{imax} encontrada en los diferentes puntos de medición:

$$u(rep_{Pi}) = \frac{s_{i\max}(P_i)}{\sqrt{n}} \qquad (7.20)$$

<u>Incertidumbre por repetibilidad del área efectiva A_{pi} de prueba.</u>

La calibración se hizo para varios puntos y en cada punto se repitieron 3 mediciones y se obtuvo un valor promedio de área efectiva $A_{pi}!$, por lo tanto, la repetibilidad se estima a partir de la desviación estándar experimental calculada para cada punto de medición. Para determinar la incertidumbre debido a la repetibilidad se toma la máxima desviación s_{imax} encontrada entre todos los puntos de medición:

$$u(repA_{pi}!) = \frac{s_{i\max}(A_{pi}!)}{\sqrt{n}} \qquad (7.21)$$

7.5 Otras fuentes de incertidumbre. Dispersión y regresión lineal de los datos del área del equipo de prueba.

Cuando el área efectiva A_p es independiente de la presión

El área efectiva tanto para presión cero como para cualquier otra presión del rango de medición a la temperatura de referencia es igual al promedio de todos los valores determinados para A_{pi}. Entonces,

$$A_p = A_o! = \frac{\sum A_{pi}!}{n} \qquad (7.22)$$

$$u_A(A_o!) = \left[\frac{\sum (A_{pi}! - A_o!)^2}{n-1} \right]^{0,5} \qquad (7.23)$$

La incertidumbre estándar asociada al valor del área efectiva determinada experimentalmente de los datos de área obtenidos y además teniendo en cuenta la incertidumbre de A_{pi} debida a sus propias variables de influencia, es:

$$u(A_o!) = \sqrt{[u_A(A_o!)]^2 + [u(A_{pi})_{\max}]^2} \qquad (7.24)$$

<u>Cuando el área efectiva A_p es una función lineal de la presión</u>

El comportamiento lineal del área con la presión se expresa como se vio en la sección 5.3.3 cálculo del área efectiva, mediante la siguiente ecuación:

$$A_p! = A_o!(1 + \lambda! P_n) \qquad (7.25)$$

Donde $A_o!$ y λ! están definidas por las ecuaciones (5.5) y (5.8) respectivamente.

Las incertidumbres tipo A de $A_o!$, λ! y $A_{pi}!$, las cuales se toman como las desviaciones de los datos de $A_{pi}!$ respecto a la curva de regresión lineal, se calculan a partir de las varianzas y de la covarianza de $A_o!$ y B, $V(A_o!)$, V(B) y $cov(A_o!,B)$:

$$u(A_o!)) = [n.V(A_o!)]^{0,5} \qquad (7.26)$$

$$u(\lambda!)) = [n.V(B)]^{0,5} \qquad (7.27)$$

$$u(Ap!)) = n^{0,5} . \left[V(A_o!) + V(B) . p^2 + 2p.\text{cov}(A_o!, B)\right]^{0,5} \qquad (7.28)$$

Donde,

$$V(A_o!)) = \frac{\sum p_i^2}{n\sum p_i^2 - \left(\sum p_i\right)^2} \cdot \frac{\sum (A_{pi}! - A_o - B.p_i)^2}{n-2} \tag{7.29}$$

$$V(B)) = \frac{n}{n\sum p_i^2 - \left(\sum p_i\right)^2} \cdot \frac{\sum (A_{pi}! - A_o - B.p_i)^2}{n-2} \tag{7.30}$$

$$\mathrm{cov}(A_o!, B) = \frac{-\sum p_i}{n\sum p_i^2 - \left(\sum p_i\right)^2} \cdot \frac{\sum (A_{pi}! - A_o - B.p_i)^2}{n-2} \tag{7.31}$$

<u>Cálculo de la incertidumbre combinada del área efectiva</u>

La incertidumbre estándar tipo B del área efectiva $A_p!$, $u_B(A_p!)$ se calcula de las componentes de incertidumbre tipo B definidas en el numeral 7.3. La incertidumbre estándar tipo A del área efectiva $A_p!$ $u_A(A_p!)$ se calcula como se describió en las ecuaciones (7.22), (7.26), (7,27) y (7,28).

La incertidumbre estándar combinada de $A_p!$, $u(A_p!)$ se calcula de las incertidumbres tipo A y tipo B mediante la siguiente ecuación:

$$u(A_p!) = \left[u_A^2(A_p!) + u_B^2(A_p!)\right]^{0,5} \tag{7.32}$$

7.6 Incertidumbre de la presión a condiciones propias del lugar u(PL!)

La expresión matemática de la presión generada por la balanza de presión ya calibrada en medio hidráulico, gaseoso o en absoluta se presenta en el certificado de calibración según la ecuación respectiva de las dadas en la sección 4.2 Método de Calibración, ecuaciones (4.3) y (4.4).

La incertidumbre estándar que se presenta en el certificado de calibración corresponde a la incertidumbre compuesta y expandida según las contribuciones de las magnitudes de influencia en la medición de la presión generada por la balanza de presión por medio de los coeficientes de sensibilidad presentados en la tabla No. 2 de este documento, estimación de la incertidumbre, pero calculadas con las nuevas condiciones propias del laboratorio locales donde trabaja el equipo, con las particularidades que se dan a continuación:

Masa

El valor de la masa y su incertidumbre asociada se calculan siguiendo las indicaciones del numeral 7.3.1 de este procedimiento.

Gravedad local

La gravedad del lugar donde se utiliza la balanza de presión se obtiene de los datos registrados en la Red Gravimétrica Nacional [10], considerando una variación en altura de ± 66m.

En caso de que no se tenga un valor de gravedad medido en el lugar de uso del equipo, se toma el valor registrado para la estación geodésica más cercana g_{ref} y se corrige ese valor de la gravedad por la diferencia de alturas Δh_L existente entre el sitio de referencia y el lugar donde se utiliza el equipo, mediante el uso de la siguiente ecuación:

$$g_L = g_{ref} + CA \qquad (7.33)$$

Donde:

CA es la corrección por altura del valor de gravedad. La corrección es (+) si el terreno desciende y (-) si el terreno se eleva respecto a la altura del punto de referencia.

La corrección por altura CA se calcula así:

$$CA = \pm 0{,}308\ 55 \frac{mgal}{m} \Delta h_L \qquad (7.34)$$

La incertidumbre de g_l se calcula de la tolerancia de altura de 66 m, la cual corresponde a:

$$u(g_l) = \frac{\delta g}{\sqrt{3}} \qquad (7.35)$$

Cuando no se tiene información de puntos gravimétricos geográficos del lugar, su utiliza la fórmula propuesta por la OIML, la cual contribuye con una incertidumbre de aproximadamente 0,05%.

$$g_l = 9{,}780\ 318\ 4(1 + 5{,}302\ 4x10^{-3} sen^2\phi - 5{,}9x10^{-6} sen^2 2\phi) - 3{,}086x10^{-6} H \qquad (7.36)$$

Si el equipo llega a trabajar en otras condiciones diferentes a las referidas en el certificado de calibración, según esta observación explícita dada allí, el usuario deberá incrementar la incertidumbre correspondiente debida a los cambios presentados.

NOTA: Como información complementaria al cliente en el certificado de calibración se tabulan los valores nominales de presión locales $P_{Lo}!$, de cada uno de los pesos numerados del equipo en donde claramente se hace explícito que no están corregidos por todas las fuentes de corrección al presentarles la simple fórmula de cálculo siguiente:

$$P_{Lo}! = \frac{M!g_l\left(1-\frac{\rho_L}{\rho_M}\right)}{A_o!} \tag{7.37}$$

Área efectiva del sistema pistón cilindro de la balanza de presión calibrada

El área efectiva $A_o!$ del sistema pistón cilindro y su incertidumbre asociada se calculan como se describe en los numerales 5.3.3 y 7.4.2

Densidad del aire local ρ_L

La densidad del aire del lugar donde va a funcionar la balanza de presión, se calcula con base en los datos promedio de humedad relativa *h.r*, presión atmosférica P_{atm} y temperatura t_{amb} del lugar de operación de la balanza de presión calibrada. El valor de estas magnitudes y su respectiva variación se obtienen de la información suministrada por el cliente y evaluada por el laboratorio de presión de la DM-SIC.

- La incertidumbre de la presión ambiente $u(P_{atm})$ se estima a partir de la variación de esa presión, donde $2\Delta P_{atm}$ es el intervalo de tal variación :

$$u(P_{atm}) = \frac{\Delta Patm}{\sqrt{3}} \tag{7.38}$$

- La incertidumbre de la temperatura ambiente $u(t_{amb})$ se estima a partir de la variación de esa temperatura, donde $2\Delta t_{amb}$ es el intervalo de tal variación :

$$u(t_{amb}) = \frac{\Delta t_{amb}}{\sqrt{3}} \tag{7.39}$$

Densidad de la masa

El valor de densidad de la masa y su incertidumbre asociada se calculan siguiendo las indicaciones del numeral 7.3.7 de este procedimiento.

Determinación del factor de cobertura k.

Para determinar el factor de cobertura *k* es necesario calcular previamente los grados efectivos de libertad v_{eff}, a partir de de la incertidumbre estándar combinada y las contribuciones individuales mediante la aplicación de la fórmula de Welch-Satterthwaite.

$$v_{eff} = \frac{u^4(A!)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{u_i^{\,4}(A!)}{v_i}} \quad ; \quad v_{eff} = \frac{u^4(P_L!)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{u_i^{\,4}(P_L!)}{v_i}} \qquad (7.40)$$

Conociendo los grados efectivos de libertad, el factor k se obtiene de la tabla 5. Esta tabla está basada en la distribución t_s de Student evaluada para un nivel de confianza del 95,45%.

Tabla 4*. Factor de cobertura k para diferentes grados efectivos de libertad* v_{eff}.

v_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,0

NOTA: El laboratorio utiliza la siguiente tabla (6) para seleccionar el número de grados de libertad estadístico según como se haya calculado la magnitud de influencia respectiva:

Tabla 5*. Número de grados de libertad efectivos.*

Descripción	Grados de libertad	Observaciones
Incertidumbre tipo A	n-1	
Incertidumbre de la regresión lineal	n-2	
Incertidumbre Tipo B	50	Cuando la información se toma del certificado de calibración.
Incertidumbre Tipo B	100	Cuando se tiene una distribución rectangular.

Incertidumbre expandida

La incertidumbre expandida se obtiene multiplicando la incertidumbre estándar combinada por el factor de cobertura.

$$U(A_p!) = ku(A_p!)$$ para el área efectiva (7.41)

$$U(P_L!) = ku(P_L!)$$ para la presión (7.42)

En el anexo PR- 02 del documento LM01-PR- M01 se desarrolla un ejemplo numérico completo de la aplicación de este procedimiento.

8. REFERENCIAS

[1] Instructivo LM01-I01. Elaboración de procedimientos de calibración. DM - SIC
[2] Documento LM01-I04. Evaluación y expresión de la incertidumbre. DM – SIC.
[3] ***EURAMET cg-3 v 1.0*** Calibration of Pressure Balances.
[4] EA – 4/02 Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration. December 1999.
[5] Guide to the expression of uncertainty in measurement; GUM; 1995.
[6] The Pressure Balance. Theory and Practice. R. S. Dadson, S. L. Lewis, G. N. Peggs. National Physical Laboratory.1982 London, England.
[7] The Pressure Balance. A Practical Guide To Ist Use. S. Lewis and G. N. Peggs. National Physical Laboratory. 1979 London, England.
[8] OIML R110 Pressure Balances, Edition 1994 (E). Paris, Francia.
[9] The LOCAL VALUE of G. S. A.Thulin. Bull OIML No. 94 - Marzo 1984 pág 23 - pág 26.
[10] Gravimetría 1998. Instituto Geográfico "Agustín Codazzi" – Ministerio de Hacienda y Crédito Público, Colombia.
[11] DIETRICH C.F. Uncertainty, Calibration and Probability. Adam Hilger. N.Y. 1991 ISBN 0-7503-0060-4
[12] Instructivo LM01-PR-I07 –Pasantía de Presión y Manometría. SIC. Colombia
[13] Procedimiento ME-016. Balanzas de Presión. Edición 0. CEM
[14] Determinación de la densidad del aire promedio – AZ de Validaciones. Laboratorio de Presión DM – SIC. 2005.